

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-12795  
(P2002-12795A)

(43) 公開日 平成14年1月15日 (2002.1.15)

| (51) Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号 | F I          | テーマト* (参考) |
|---------------------------|------|--------------|------------|
| C 0 9 C 3/10              |      | C 0 9 C 3/10 | 4 J 0 3 7  |
| C 0 9 D 5/29              |      | C 0 9 D 5/29 | 4 J 0 3 8  |
| 5/36                      |      | 5/36         |            |
| 7/12                      |      | 7/12         | Z          |
| 201/00                    |      | 201/00       |            |

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-192435(P2000-192435)

(22) 出願日 平成12年6月27日 (2000.6.27)

(71) 出願人 000162113

共同印刷株式会社

東京都文京区小石川4丁目14番12号

(72) 発明者 小山 拓

東京都文京区小石川4丁目14番12号 共同

印刷株式会社内

(74) 代理人 100096828

弁理士 渡辺 敬介 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改質真珠光沢顔料の製造方法および該改質真珠光沢顔料を用いた光輝性塗料

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 光反射量が十分で、且つフリップ・フロップ効果（見る角度によって色彩が異なる効果）も十分に有すると共に、表面強度も高い塗膜を形成し得る光輝性塗料に用いる改質真珠光沢顔料の製造方法を提供する。

【解決手段】 鱗片状の真珠光沢顔料を樹脂と溶剤の混合液中で沈降させ、この沈降物を分離・固化せしめた後、これを粉砕することを特徴とする。また、本発明の光輝性塗料は、上記本発明の製造方法によって得られた改質真珠光沢顔料 1.0 重量部に対して、塗料用樹脂 1.0 重量部以下と溶剤 1.0～100.0 重量部とを主成分とすることを特徴とするものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鱗片状の真珠光沢顔料を樹脂と溶剤の混合液中で沈降させる工程と、該沈降物を分離・固化せしめる工程と、固化後の該沈降物を粉碎する工程とを有することを特徴とする改質真珠光沢顔料の製造方法。

【請求項2】 前記混合液は、前記真珠光沢顔料1重量部に対して、前記樹脂固形分0.3～10.0重量部、前記溶剤5.0～100.0重量部、を混合せしめたものであることを特徴とする請求項1に記載の改質真珠光沢顔料の製造方法。

【請求項3】 前記粉碎工程の後に、さらに洗浄及び乾燥工程を有することを特徴とする請求項1又は2に記載の改質真珠光沢顔料の製造方法。

【請求項4】 請求項1乃至3のいずれか一項に記載の製造方法によって得られた改質真珠光沢顔料と溶剤、若しくは、該改質真珠光沢顔料と塗料用樹脂と溶剤とを主成分とすることを特徴とする光輝性塗料。

【請求項5】 前記改質真珠光沢顔料1.0重量部に対して、前記塗料用樹脂固形分1.0重量部以下、前記溶剤1.0～100.0重量部、を混合せしめたことを特徴とする請求項4に記載の光輝性塗料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、改質真珠光沢顔料の製造方法および該改質真珠光沢顔料を用いた光輝性塗料に関し、特に光輝性およびフリップ・フロップ効果の改善された光輝性塗料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、自動車の外装、建材、文房具、電気製品等には、真珠光沢顔料含有塗料を塗装して、光の干渉効果を有する上塗り塗膜に仕上げる事が多く行なわれている。

【0003】しかし、従来の鱗片状の真珠光沢顔料を含んだ樹脂組成物は、印刷・塗布等を行うと光沢感が得られるが、必ずしも光輝性が良いものとは限らない。この理由は、顔料がきれいに配向せず光の乱反射が起こるものと、顔料が表面に露出せず樹脂に厚く覆われてしまっているからという2点に大別される。

【0004】また、特開平4-126778号公報には、塗料用樹脂、パール顔料（真珠光沢顔料）および有機溶剤を主成分とし、該塗料用樹脂（固形分）が該パール顔料100重量部あたり10～300重量部である調色用パール顔料ベース組成物が記載されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記光輝性低下の要因の一つである光の乱反射を防ぐには、乾燥条件等を調整すれば良い。

【0006】一方、顔料が樹脂に厚く覆われないようにするには、特開平4-126778号公報のように真珠光沢顔料を含んだ樹脂組成物における樹脂の割合を少な

くすれば良いが（例えばパール顔料100重量部あたり10～100重量部程度）、このような構成にすると鱗片状の真珠光沢顔料が剥がれ易くなり、表面強度の点からも実用性に問題が生じる。

【0007】本発明の主たる目的は、上記事情に鑑み、光反射量が十分で、且つフリップ・フロップ効果（見る角度によって色彩が異なる効果）も十分に有すると共に、表面強度も高い塗膜を形成し得る光輝性塗料、およびこれに用いる改質真珠光沢顔料の製造方法を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成すべく成された本発明の構成は、以下の通りである。

【0009】即ち、本発明は、鱗片状の真珠光沢顔料を樹脂と溶剤の混合液中で沈降させる工程と、該沈降物を分離・固化せしめる工程と、固化後の該沈降物を粉碎する工程とを有することを特徴とする改質真珠光沢顔料の製造方法にある。

【0010】上記本発明の改質真珠光沢顔料の製造方法は、さらなる特徴として、「前記混合液は、前記真珠光沢顔料1重量部に対して、前記樹脂固形分0.3～10.0重量部、前記溶剤5.0～100.0重量部、を混合せしめたものである」こと、「前記粉碎工程の後に、さらに洗浄及び乾燥工程を有する」こと、を含むものである。

【0011】また、本発明の光輝性塗料は、上記本発明の製造方法によって得られた改質真珠光沢顔料と溶剤、若しくは、該改質真珠光沢顔料と塗料用樹脂と溶剤とを主成分とすることを特徴とするものである。

## 【0012】

【発明の実施の形態】本発明で用いる真珠光沢顔料は、光の干渉作用に基づいて真珠光沢を呈する鱗片状の顔料であって、具体的には天然もしくは合成の雲母を主成分とし、これらの表面を二酸化チタン、酸化鉄、酸化スズなどの金属酸化物又は各種着色顔料で被覆したものなどが挙げられる。かかる雲母の粒径は特に制限されないが、一般市販の雲母（粒径1～50μm程度）のなかでも粒径が小さく粒子形状ができるだけ扁平なものが美しい色調と真珠光沢が発揮されやすいため好ましい。

【0013】本発明の改質真珠光沢顔料の製造方法においては、先ずかかる鱗片状の真珠光沢顔料を樹脂と溶剤の混合液中で沈降させる（沈降工程）。このとき、鱗片状顔料の各粒子が層状に重なり合うようにして沈降させるのがよい。

【0014】ここで用いる樹脂は、一般に塗料用樹脂に使用されるもので、特に限定されるものではない。具体的にはポリエステル樹脂、アクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリウレタン樹脂、シリコン樹脂、フェノール樹脂等が挙げられ、これらは単独で用いてもよいし混合してもよい。

【0015】また、ここで用いる溶剤は、一般に塗料に配合されるもので、特に限定されるものではない。具体的にはトルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系、メチルエチルケトン、メチルエチルイソブチルケトン等のケトン系等が挙げられる。これらの溶剤は、2種以上混合して用いるのが好ましく、その組成は前記の樹脂に対する溶解性、顔料分散性などによって適宜選択される。

【0016】次に、上記沈降工程における沈降物を分離・固化する（分離・固化工程）。具体的には、例えば鱗片状の顔料が沈降した混合液中の上澄液を排出した後、沈降物を取り出し十分に乾燥させる。

【0017】次に、乾燥固化後の上記沈降物を粉砕する（粉砕工程）。この粉砕工程においては、粒径が5～25 $\mu$ m程度になるように粉砕するのが好ましい。また、好ましくは、この粉砕工程の後に、さらに超音波洗浄等により樹脂を十分に分離し、乾燥させる（洗浄及び乾燥工程）。

【0018】本発明の光輝性塗料は、以上のようにして得た改質真珠光沢顔料と溶剤、若しくは、該改質真珠光沢顔料と塗料用樹脂と溶剤とを主成分とする。尚、この塗料用樹脂および溶剤としては、前述の樹脂および溶剤と同様のものを用いることができる。

【0019】前述のように、塗膜の光輝性を高めるには顔料を覆う樹脂を極力少なくしなければならない。一方、本発明の製造方法で得られる顔料（改質真珠光沢顔料）は、樹脂によって複数の鱗片状の顔料が接着され層状に重なり合い、その表面は微量の樹脂に覆われた形態を有するものとなっている。このため、かかる改質真珠光沢顔料を用いた本発明の光輝性塗料は、これに配合する塗料用樹脂が少量であっても、成形、印刷、塗布等を行った際に顔料が直接表面に露出せず、また個々の鱗片状の真珠光沢顔料が剥がれにくい、表面強度の面で問題が生じることが少ない。

【0020】尚、改質真珠光沢顔料の製造に用いる樹脂と光輝性塗料に用いる溶剤の組み合わせによっては、改質真珠光沢顔料を接着している樹脂の一部が溶け出すことがある。このような場合には、必ずしも光輝性塗料に塗料用樹脂を配合させる必要はない。

【0021】本発明の改質真珠光沢顔料の製造方法においては、鱗片状の真珠光沢顔料を沈降させる際に用いる混合液は、真珠光沢顔料1重量部に対して、樹脂固形分0.3～10.0重量部、溶剤5.0～100.0重量部を混合したものをを用いるのが好ましい。

【0022】この樹脂量が少なすぎると、改質真珠光沢顔料における各鱗片状顔料の接着が不十分になると共に、表面が万遍なく樹脂に覆われない場合があり、例えば塗料用樹脂を極めて少量配合した光輝性塗料では、塗膜の表面強度に問題が生じることがある。一方、この樹脂量が多すぎたり溶剤量が少なすぎると、混合液（樹脂組成物）の粘性が高すぎて鱗片状顔料を均一に分散させることが難しくなり、その結果、得られる改質真珠光沢顔料の均一性が低下する傾向があると共に、前記沈降工程に要する時間が長くなり、製造効率低下する。また、この溶剤量が多すぎて混合液の粘性が低すぎると、沈降速度が速すぎて、前記沈降工程において鱗片状顔料が層状に堆積しない場合がある。

【0023】また、本発明の光輝性塗料は、前記の改質真珠光沢顔料1重量部に対して、塗料用樹脂固形分1.0重量部以下、溶剤1.0～100.0重量部を混合せしめることが好ましい。この塗料用樹脂量が多すぎると、塗膜中の改質真珠光沢顔料を覆う樹脂が厚くなり、所望の光輝性が得にくくなる。また、この溶剤量が少なすぎたり、多すぎたりすると、塗作業性が悪くなるばかりではなく、物性も劣った塗膜となり、実用的ではない。

【0024】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0025】（実施例1～7）樹脂と溶剤の混合物中に鱗片状の真珠光沢顔料を均一に混合して、樹脂組成物を得た。尚、鱗片状顔料には商品名ブリパールレッドRG-T（資生堂製、平均粒径11 $\mu$ m）、樹脂には商品名バイロン200（東洋紡製）、溶剤にはメチルエチルケトンとトルエンを1対1で混合したものをを用いた。これらの配合量（重量部）を表1に示す。

【0026】

【表1】

|      | 鱗片状顔料 | 樹脂  | 溶剤   |
|------|-------|-----|------|
| 実施例1 | 1.0   | 0.5 | 8.5  |
| 実施例2 | 1.0   | 1.5 | 8.5  |
| 実施例3 | 1.0   | 3.0 | 8.5  |
| 実施例4 | 1.0   | 5.0 | 8.5  |
| 実施例5 | 1.0   | 9.0 | 8.5  |
| 実施例6 | 1.0   | 1.5 | 5.0  |
| 実施例7 | 1.0   | 1.5 | 20.0 |

【0027】上記の樹脂組成物を用いて、以下のようにして改質真珠光沢顔料を製造した。

【0028】先ず、上記樹脂組成物を平底の容器に入れ、これを長時間放置し、鱗片状顔料を沈降させた。その後、上澄液を排出し、沈降物を取り出し十分に乾燥させた。次に、乾燥固化後の沈降物を乳鉢を用いて粉碎し、さらに超音波洗浄により樹脂を十分に分離し、再度乾燥させた。

【0029】以上のようにして得られた改質真珠光沢顔料の各粒子は、走査型電子顕微鏡写真によると、複数の鱗片状顔料が樹脂により接着され層状に重なり合っており、その平均粒径は約 $11\mu\text{m}$ であった。また、各粒子の表面は微量の樹脂に覆われていた。

|        | 改質真珠光沢顔料 | 塗料用樹脂 | 溶剤   |
|--------|----------|-------|------|
| 実施例 8  | 1.0      | 0.3   | 10.0 |
| 実施例 9  | 1.0      | 0     | 3.7  |
| 実施例 10 | 1.0      | 1.0   | 3.7  |
| 実施例 11 | 1.0      | 5.0   | 3.7  |
| 実施例 12 | 1.0      | 9.0   | 3.7  |

【0033】（比較例）塗料用樹脂0.3重量部と溶剤3.7重量部の混合物中に鱗片状の真珠光沢顔料1.0重量部を均一に混合して、光輝性塗料を得た。尚、これらの材料には実施例1～7に用いたものと同じものを用いた。

【0034】実施例1～12および比較例において調合した光輝性塗料を用いて、バーコートNo. 7にて膜厚約 $5\mu\text{m}$ に塗工し、塗膜の光反射量、フリップ・フロップ効果、表面強度について以下のようにして評価した。評価結果を表3に示す。

【0035】＜光反射量＞変角分光測色計GCMS-4（村上色彩技術研究所製）を用いて、入射角を固定し、試料の受光角度を変化させたときの拡散反射率の分光分布から全反射量を比較した

◎…多い  
○…中程度  
△…少ない

【0030】次に、塗料用樹脂0.3重量部と溶剤3.7重量部の混合物中に上記改質真珠光沢顔料1.0重量部を均一に混合して、光輝性塗料を得た。尚、塗料用樹脂および溶剤には、前記樹脂組成物に用いたものと同じものを用いた。

【0031】（実施例8～12）塗料用樹脂と溶剤の混合物中に実施例2で得た改質真珠光沢顔料を均一に混合して、光輝性塗料を得た。これらの配合量（重量部）を表2に示す。尚、塗料用樹脂および溶剤には、先の実施例で用いたものと同じものを用いた。

【0032】

【表2】

【0036】＜フリップ・フロップ効果＞変角分光測色計GCMS-4（村上色彩技術研究所製）を用いて、入射角を固定し、試料の受光角度を変化させたときの拡散反射率の分光分布から、反射率の最大値と最小値との差を比較した

◎…色調の変化 大  
○…色調の変化 中  
△…色調の変化 小  
×…色調の変化 ほとんど無し

【0037】＜表面強度＞鉛筆引掻塗膜硬さ試験機にて以下のように評価した（鉛筆の硬度H, HB/JIS K5400に準拠）

◎…HでOK  
○…HBでOK  
△…HBでNG

【0038】

【表3】

|        | 光反射量 | フリップ・フロップ効果 | 表面強度 |
|--------|------|-------------|------|
| 実施例 1  | ◎    | ◎           | ○    |
| 実施例 2  | ◎    | ◎           | ◎    |
| 実施例 3  | ◎    | ◎           | ○    |
| 実施例 4  | △    | △           | ◎    |
| 実施例 5  | △    | △           | ◎    |
| 実施例 6  | ○    | ○           | ◎    |
| 実施例 7  | ○    | ○           | ◎    |
| 実施例 8  | ◎    | ◎           | ○    |
| 実施例 9  | ◎    | ○           | △    |
| 実施例 10 | ○    | ○           | ◎    |
| 実施例 11 | △    | △           | ◎    |
| 実施例 12 | △    | △           | ◎    |
| 比較例    | △    | ×           | △    |

【0039】表3に示されるように、本発明の実施例1～12の光輝性塗料は、相対的に比較例の塗料よりも光輝性、フリップ・フロップ効果において向上が見られると共に、表面強度にも優れる塗膜を形成することができる。

#### 【0040】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の改質真珠光沢顔料の製造方法によれば、複数の鱗片状の顔料が樹脂によって層状に重なり合って接着され、且つ、その表

面が微量の樹脂に覆われた顔料が得られる。そして、かかる顔料を用いた本発明の光輝性塗料では、これに配合する塗料用樹脂が少量であっても、成形、印刷、塗布等を行った際に顔料が表面に露出せず、また個々の鱗片状の真珠光沢顔料が剥がれにくいため、表面強度の点で優れたものとなる。

【0041】また、本発明の光輝性塗料は、従来の真珠光沢顔料を含む樹脂組成物と比較して、光輝性、フリップ・フロップ効果において飛躍的な向上が得られる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J037 AA08 AA15 AA22 AA26 CB01  
CB08 CB10 CC14 CC22 CC24  
CC26 CC28 DD10 DD23 EE03  
EE28 EE29 EE33 EE35 EE43  
FF09  
4J038 CD031 CG141 DA041 DD001  
DG001 DL031 EA011 HA216  
HA546 JA05 JA33 JA56  
KA06 KA08 KA15 KA20 NA01  
NA19